
Norme internationale



5546

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Caséines et caséinates — Détermination du pH (Méthode de référence)

Caseins and caseinates — Determination of pH (Reference method)

Première édition — 1979-10-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5546:1979](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c9c06db6-e8d7-42bb-9273-8636a88b6bf4/iso-5546-1979)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c9c06db6-e8d7-42bb-9273-8636a88b6bf4/iso-5546-1979>



CDU 637.147.2 : 543.257.1

Réf. n° : ISO 5546-1979 (F)

Descripteurs : caséine, analyse chimique, pH.

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 5546 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en septembre 1976.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 5546:1979](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c9c06db6-e8d7-42bb-9273-8636a88b6bf4/iso-5546-1979)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c9c06db6-e8d7-42bb-9273-8636a88b6bf4/iso-5546-1979>

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas
Allemagne, R. F.	Espagne	Pologne
Australie	France	Portugal
Autriche	Ghana	Roumanie
Bulgarie	Hongrie	Tchécoslovaquie
Canada	Inde	Thaïlande
Chili	Iran	Turquie
Corée, Rép. de	Israël	Yougoslavie

Les comités membres des pays suivants l'ont désapprouvée pour des raisons techniques :

Nouvelle-Zélande
Royaume-Uni

NOTE — La méthode spécifiée dans la présente Norme internationale a été élaborée conjointement avec la FIL (Fédération internationale de laiterie) et l'AOAC (Association des chimistes analytiques officiels, U.S.A.). Le texte, approuvé par les organisations susmentionnées, sera également publié par la FAO/OMS (Code de principes concernant le lait et les produits laitiers et les normes connexes), par la FIL et par l'AOAC (Official Methods of Analysis).

Caséines et caséinates — Détermination du pH (Méthode de référence)

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de référence pour la détermination du pH de tous les types de caséines (caséines acides et caséines présure) et des caséinates.

2 Références

ISO/R 707, *Lait et produits laitiers — Méthode d'échantillonnage*.

ISO 3310/1, *Tamis de contrôle — Exigences techniques et vérifications — Partie 1 : Toiles métalliques*.

3 Définition

pH des caséines et des caséinates : pH, à 20 °C, d'un extrait aqueux de caséine ou d'une solution aqueuse de caséinate, déterminé selon la méthode décrite dans la présente Norme internationale.

4 Principe

Détermination du pH par voie électrométrique sur un extrait aqueux de caséine ou sur une solution aqueuse de caséinate, en utilisant un pH-mètre.

5 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée pour leur préparation et l'eau utilisée pour la détermination (8.2) doit être de l'eau distillée récemment et protégée de l'absorption de dioxyde de carbone.

5.1 Solutions tampons, pour l'étalonnage du pH-mètre (6.2).

Deux solutions tampons étalons ayant, à 20 °C, des valeurs de pH connues à la deuxième décimale près et encadrant la valeur du pH de l'échantillon à analyser, par exemple une solution tampon de phthalate ayant un pH voisin de 4 et une solution tampon de borax ayant un pH voisin de 9.

En outre, il est possible d'utiliser une solution tampon de phosphate ayant un pH voisin de 7.

6 Appareillage

6.1 Balance, d'une précision de 0,1 g.

6.2 pH-mètre, d'une sensibilité d'au moins 0,05 unité de pH, muni d'une électrode en verre et d'une électrode au calomel ou d'une autre électrode de référence.

6.3 Thermomètre, d'une précision de 0,5 °C.

6.4 Fiole conique, de 100 ml de capacité, munie d'un bouchon en verre rodé.

6.5 Bêcher, de 50 ml de capacité.

6.6 Dispositif de broyage, permettant, si nécessaire (voir 8.1.4), de broyer l'échantillon pour laboratoire sans provoquer d'échauffement excessif ni de perte ou absorption d'humidité. Ne pas utiliser un broyeur à marteaux.

6.7 Tamis de contrôle, à toile métallique, de 200 mm de diamètre, de 500 µm de dimension nominale d'ouverture, muni d'un réceptacle, conforme à l'ISO 3310/1.

6.8 Mélangeur.

6.9 Bêcher, pour le mélangeur (6.8), de 250 ml de capacité minimale.

7 Échantillonnage

Voir ISO/R 707.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

8.1.1 Bien mélanger l'échantillon pour laboratoire au moyen d'agitations et de retournements répétés du récipient (si nécessaire après avoir transvasé la totalité de l'échantillon pour laboratoire dans un récipient étanche à l'air, de capacité convenable, en vue de permettre la réalisation de cette opération).

8.1.2 Transvaser environ 50 g de l'échantillon pour laboratoire bien mélangé sur le tamis de contrôle (6.7).

8.1.3 Si cette fraction de 50 g passe complètement ou presque à travers le tamis, utiliser pour la détermination l'échantillon tel qu'il a été préparé en 8.1.1.

8.1.4 Dans le cas contraire, broyer cette fraction de 50 g au moyen du dispositif de broyage (6.6) jusqu'à ce qu'il passe complètement à travers le tamis. Transvaser immédiatement l'échantillon tamisé dans un récipient étanche à l'air, de capacité suffisante, et bien mélanger au moyen d'agitations et de retournements répétés. Au cours de ces opérations, prendre toutes précautions utiles en vue d'éviter une modification de la teneur en eau du produit.

8.1.5 Procéder à la détermination (8.2) dès que possible après la préparation de l'échantillon pour essai.

8.2 Détermination

8.2.1 Étalonnage du pH-mètre

Ajuster la température des solutions tampons (5.1) à 20 °C et étalonner le pH-mètre conformément aux instructions du fabricant.

NOTES

1 L'étalonnage doit être effectué pendant que les fioles restent au repos 20 min (voir 8.2.2.1 et 8.2.2.2).

2 Si une série d'échantillons est analysée, vérifier l'étalonnage du pH-mètre avec une ou plusieurs solutions tampons étalons au moins toutes les 30 min.

8.2.2 Préparation de la solution d'essai

8.2.2.1 Caséines

Peser, à 0,1 g près, dans la fiole conique (6.4), 5,0 g de l'échantillon pour essai (8.1), y ajouter 30 ml d'eau préalablement portée à 20 °C et boucher la fiole. (Il est également possible de prélever 7,0 g de l'échantillon pour essai et d'ajouter 42 ml d'eau.)

Agiter la fiole à la main durant 10 s et laisser reposer 20 min à environ 20 °C.

8.2.2.2 Caséinates

Introduire, dans le bécher (6.9), 95 ml d'eau, y ajouter 5,0 g de l'échantillon pour essai (8.1) et mélanger au moyen du mélangeur (6.8) durant 30 s.

Laisser reposer 20 min à environ 20 °C.

8.2.3 Mesurage du pH

8.2.3.1 Caséines

Décanner le liquide surnageant dans le bécher (6.5) et déterminer immédiatement le pH de ce liquide au moyen du pH-mètre

(6.2), après avoir soigneusement rincé l'électrode de mesurage avec de l'eau.

8.2.3.2 Caséinates

Verser environ 20 ml de la solution dans le bécher (6.5) et déterminer immédiatement le pH de ce liquide au moyen du pH-mètre (6.2), après avoir soigneusement rincé l'électrode de mesurage avec de l'eau.

9 Expression des résultats

9.1 Lecture du pH

9.1.1 Caséines

Noter, comme pH de l'extrait aqueux de caséine, la valeur lue sur le cadran du pH-mètre, avec au moins une décimale.

9.1.2 Caséinates

Noter, comme pH de la solution de caséinate, la valeur lue sur le cadran du pH-mètre, avec au moins deux décimales.

9.2 Fidélité

9.2.1 Répétabilité

La différence entre deux résultats individuels, obtenus sur un produit identique soumis à essai, par le même analyste utilisant le même appareillage, dans un court intervalle de temps, ne doit pas dépasser 0,1 unité de pH pour les extraits de caséine et 0,05 unité de pH pour les solutions de caséinates, en moyenne plus d'une fois sur 20 dans l'application normale et correcte de la méthode.

9.2.2 Reproductibilité

La différence entre deux résultats individuels et indépendants, obtenus par deux opérateurs travaillant dans des laboratoires différents sur un produit identique soumis à essai, ne doit pas dépasser 0,3 unité de pH pour les extraits de caséine et 0,15 unité de pH pour les solutions de caséinates, en moyenne plus d'une fois sur 20 dans l'application normale et correcte de la méthode.

10 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.